

低温で動作する MOS-FET を用いた NMR マージナル発振器 (II)

内 藤 隆・立 川 敏 明・井 上 正・八 木 寿 郎

NMR Marginal Oscillator with MOS-FET Operating at Low Temperature (II)

Takashi NAITO, Toshiaki TATSUKAWA, Masasi INOUE, and Hisao YAGI

(Received Oct. 9, 1972)

An improvement has been made on the NMR marginal oscillator with MOS-FET to attain a stable operation at low temperature. The whole assembly of the oscillator is enclosed into a capsule made by a copper or in part stainless tube to prevent the bubbling of a refrigerant, which frequently gives rise to noise and fluctuation. The NMR measurements on Al^{27} nuclear in ruby are carried out with this oscillator at 77 and 4.2 K, with magnetic field ~ 12 kG and with a field modulation at 20 Hz, revealing the typical five-line NMR signals.

1 序 論

極低温で NMR 実験を行なうため、われわれは以前からマージナル発振器を開発し、いろいろと改良を試みている。最近、全く新しい方式として電子回路の能動素子や部品を直接極低温の寒剤につけることが注目されている。すでに、第一報で MOS-FET を利用した NMR マージナル発振器を試作し、約 20 MHz の発振に成功したことをのべた¹⁾。そこではつぎのような問題があることがわかった。すなわち

- 1) マージナル発振器を構成する部品の信頼性
- 2) 4.2K での発振電圧、発振周波数の安定性

1)については市販の炭素抵抗体、金属被膜抵抗体、オイルコンデンサ、セラミックコンデンサ、シルバードマイコンデンサ等種々の素子を試験したところ、P型金属被膜抵抗およびシルバードマイコンデンサが低温と室温との繰り返しの使用に耐えることがわかった。また、主要な能動素子である MOS-FET (3SK 35) についても良好な結果が得られた。

2)については、電子回路自体ではなく、むしろ外部からの刺激がその要因であると思われた。その刺激と

して主に液体ヘリウムの容器の底より発生する気泡と MOS-FET の温度変化が考えられた。すなわち、気泡はマージナル発振器全体の機械的振動や、ヘリウムの液体と気体との誘電率の差による同調回路のケーブルの浮遊容量やこのとき用いたアルミニウムのパタフライ型可変コンデンサの容量の変動を引き起こす。また MOS-FET の温度変化は $V_{DS}-I_D$ 特性を変化させる。そこで今回はこれらを防ぐ目的で、マージナル発振器全体をカプセル内に密封して液体ヘリウム中に浸すことにした。その結果、4.2K で以前にくらべてより安定に動作することがわかった。これを用いてルビー中の Al^{27} の NMR 信号を検出することができるようになった。本報ではこれについて報告する。

2 実験装置

今回試作したマージナル発振器の回路は、以前のものと殆ど同じであるが、ただ一つ異なる点は同調回路に可変コンデンサの代りに 50pF の固定コンデンサを使用したことである。この回路系を図 1 に示す。試料(ルビー)には直径 0.5mm のエナメル銅線を巻きつけ

*Department of Applied Physics.

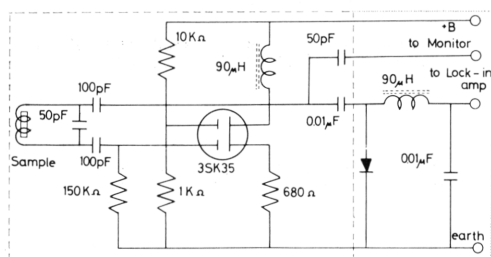


図1 試作されたNMR マージナル発振器の回路図
破線はカプセル内、点線は detector box 内

約 $3\mu\text{H}$ のインダクタンスを持つ発振コイルを作り、カプセルとの間に絶縁不良を起こさないようにビニールテープで被った。

電子部品はすべてプリント基板に取りつけた。ここで $0.01\mu\text{F}$ はセラミックコンデンサ、その他はシルバードマイカコンデンサ、抵抗はP型金属被膜抵抗体である。図1の左側の破線内はカプセル内に、右側は、detector box に納められている。

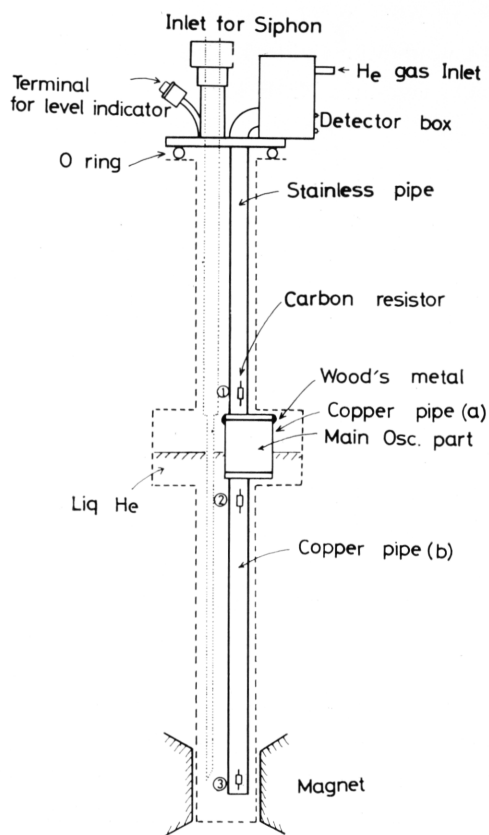


図2 金属デュワー内に取付けられたカプセルの見取図

図2は金属デュワー内に取り付けられたカプセルの見取図である。上部のフランジには液面計端子、サイホン取り付け金具および detector box を取り付け。液面計はヘリウム溜めの上、下、およびカプセルの底にそれぞれ 50Ω , 200Ω , 56Ω のカーボン抵抗体 (Allen-Bradley) を取りつけたものである。この抵抗値をホイートストンブリッジ法で測定して、液体ヘリウムの液面の高さを推定した。表1に実測したこれらの抵抗値の温度変化を示してある。図2で明らかにように、カプセルはクライオスタットの中心をはずれているがこれはヘリウムを供給するサイホンの先端をヘリウム溜めの底まで入れるため已むを得ない処理である。

Main Osc. part はステンレスパイプと厚さ 2mm、直径 26mm の銅の円板を銀ろう付けし、その銅板に銅管(a)をはめこみウッドメタルで固定した。銅管(a)と銅管(b)は同じような方法で半田付けして組み立てるの

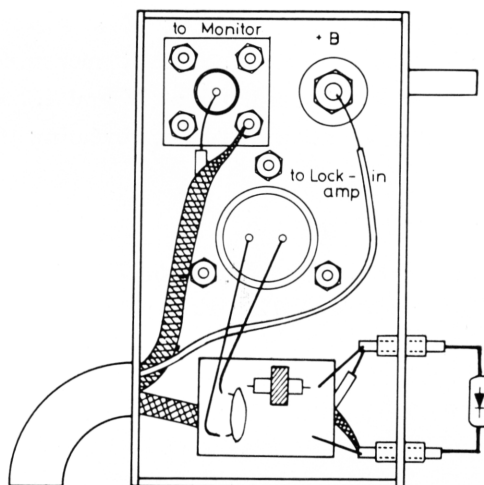


図3 detector box

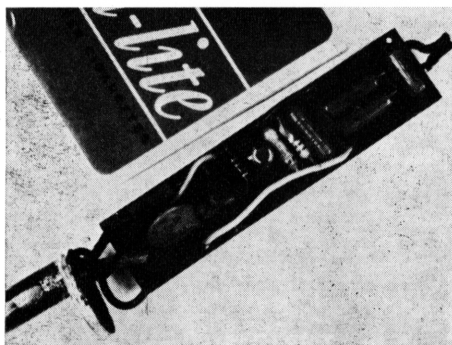


図4 試作された発振器

であるが、ここでは普通の半田を使用した。この(a)管の中をセルロイドで被って発振器を納めた。このセルロイドも銅管壁と発振器との絶縁のためである。ウッドメタルは融点が低いので中の MOS-FET を破壊することなく取り外して調整ができた。

図3は detector box の内部を示したものである。ここに発振器より Monitor へ行く線と出力回路の線を引き込んでいる。出力回路は diode で検波した後 Lock-in amp. に導いている。diode は box の壁を貫通している絶縁された直径 1 mm のエナメル銅線に半田付けされていて、常に室温に保たれている。

図4は試作した発振器の写真である。

図5は発振状態を写したものである。(a)は以前のように発振器を液体ヘリウムの中に直接つけたときのもので、気泡等のために発振が不安定になり発振図形の線に幅が見られる。発振周波数は 20MHz である。(b)は発振器をカプセル内に納めて液体ヘリウムの中につ

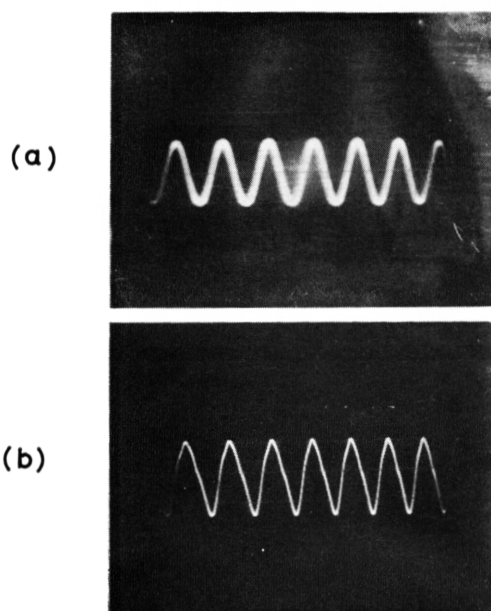


図5 4.2K における発振状態

けたときの発振状態で、発振状態が非常に安定であることがわかる。このときの発振周波数は 15.5 MHz である。(b)は完全な正弦波ではないが、われわれの NMR 実験にさしつかえない。

3 実験結果

カーボン抵抗体の取り付け位置は図1に示してある。表1を見れば明らかなように、18時5分に液体ヘ

リウムを入れはじめて18時10分には液体ヘリウムがヘリウム溜めの底からたまり始めており、抵抗体②および③の位置ではすでに安定になっている。しかし抵抗体①の位置にはまだ液体ヘリウムが達していない。18時27分以後は液体ヘリウムを新たに供給していないので抵抗体①の位置では次第に液体ヘリウムのレベルが下りつつある。しかしながら抵抗体②および③の位置では非常に安定である。NMR 実験はこのような状態において行われた。その結果、ヘリウム溜めに液体ヘリウムがたまっている限り NMR 信号を検出できるが、抵抗体②の位置より少なくなると急激に MOS-FET の温度が上がり、発振周波数が変動してもはや NMR 信号を安定して検出することができなくなることが判明した。今回の実験でヘリウム溜めに液体ヘリウムが一回の供給後たまっていたのは約2時間であった。もし発振器をクライオスタットの底近くに置くことができれば更に長時間の実験が可能であると思われる。

表1 液面計の抵抗値の温度変化例

Temp (K)	Time	Resist ①(Ω)	Resist ②(Ω)	Resist ③(Ω)
300		58	216	63
77	18:00	62	224	70
4.2	18:10	105	3,300	990
〃	18:27	238	3,300	996
〃	18:50	232	3,300	996
〃	19:10	225	3,299	995
〃	19:30	219	3,299	996
〃	19:50	214	3,301	996

図6は 4.2K でのB電源電圧と発振電圧（シンクロスコープで測定）との関係をプロットしたもので、NMR 実験は発振が停止する直前の状態、すなわち発振電圧を 100mV 付近に固定しておいた。

図7は液体窒素温度（77K）で得られたルビーにお

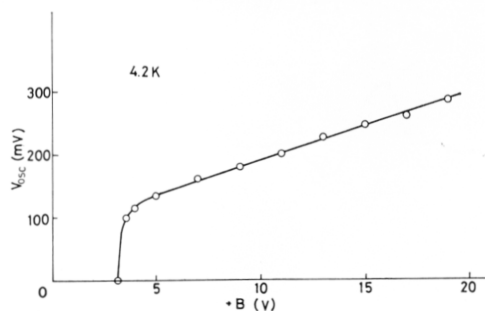


図6 4.2K でのB電源電圧と発振電圧との関係

ける Al^{27} の NMR 信号である。 Al^{27} 核は核スピン $I = 5/2$ を持ち、そのエネルギー準位は零磁場においても核の四重極モーメントと結晶場による四重極相互作用でわずかに分裂している²⁾。これに強磁場を加えるとエネルギー準位は Zeeman 分裂を起こす。そして本来等しいはずの隣り合った準位の間隔は四重極相互作用のためにわずかに異なってくる³⁾。その結果、NMR 信号は 5 本に分かれる。図 7 はその中の 3 本を取り出したものである。発振周波数 12.5 MHz, 磁場変調振幅 H_m 50 Gauss, 磁場変調周波数 20 Hz, 信号の半値巾 ΔH 47.3 Gauss, そして中心磁場はそれぞれ 11.7K Gauss, 11.9K Gauss, 12.1K Gauss である。

ヘリウム温度では、まだ十分良好な信号がみられていないが、一例を図 8 に示してある。発振周波数 13.6 MHz, H_m 50 Gauss, 磁場変調周波数 20 Hz, 信号の半値巾 ΔH 45 Gauss, そして中心磁場は 12.8K Gauss である。

4 検 討

すでにのべたように極低温で動作する MOS-FET を用いて NMR マージナル発振器を開発しているが、今回発振部をカプセル内に納めることによって、以前よりも安定に動作することがわかった。しかしまだ実験上いくつか検討する点もある。それらのいくつかをまとめると次のようになる。

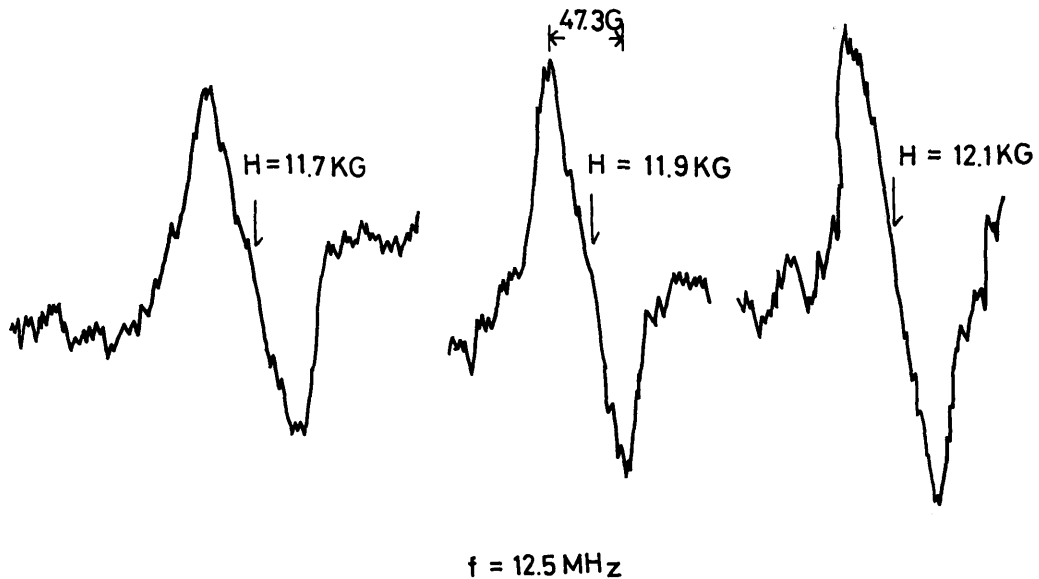


図 7 77K で得られたルビー中における Al^{27} の NMR 信号

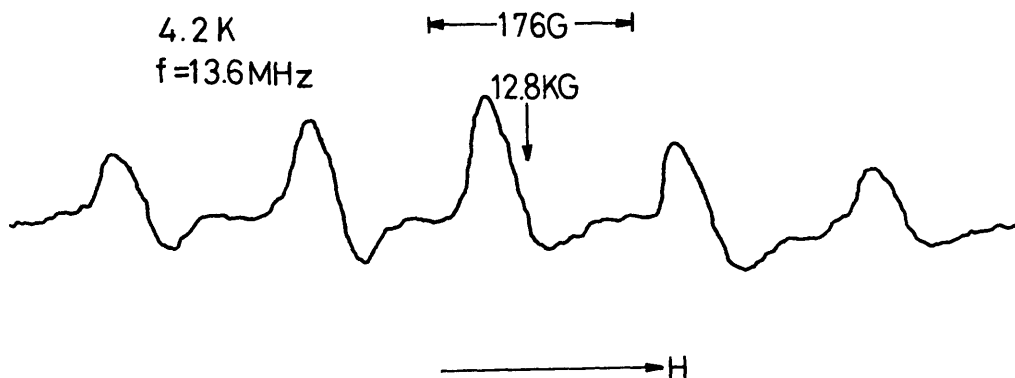


図 8 4.2K で得られたルビー中における Al^{27} の NMR 信号

1) 今回試作された発振器は負荷の変動（たとえばシンクロスコープのレンジの切り換え）などに極めて敏感で容易に発振を停止する。これはモニター回路に行くコンデンサの値が大きすぎることも考えられるので、ここを 10pF 程度のものに交換することを考えている。また、発振部だけでなく増幅部を付け加えることも検討している。

図3に示されている detector box の中に diode を入れない理由は次のようなものである。金属製クライオスタットにおいてフランジが金属製である限りこの上に半田付けされた detector box（真鍮）内部の温度が室温より甚だしく下がることは避けようがない。diode は低温になるほど S/N はよくなっても出力は低下してくるからこのような環境に diode を置くことは望ましくない。従って diode を box の外に出して室温に保った。

2) また今回の実験においても発振器と試料コイルをつなぐ同調回路のケーブルの長さがまだ 40cm もあるので、浮遊容量が大きく発振器の Q 値が十分大きくできない。これは強磁場中での MOS-FET の振舞がわからないため、磁極の中心からなるべく離そうとしたためである。もし強磁場中でも満足に動作する MOS-FET があるならば発振器本体を磁極の中心付近に置くことが可能になり、そのためケーブルの長さが極端に短かくでき（1～2cm）、今まで以上に Q 値をあげられることになり S/N 比の向上がさらに期待できるであろう。

3) NMR 信号についてはルビー中 Cr^{3+} に対する Verber らによる 0.1% および 1.5% の測定から⁴⁾,

Cr^{3+} の濃度が 0.3% について見積ってみるとほぼ次のようなスピン格子緩和時間 T_1 および半値幅 $4H$ となる。

Temp,	300K	78K	4.2K
T_1 ,	7msec	15msec	40msec
$4H$,	6.5Gauss	7.6Gauss	9.5Gauss

われわれが 77K で測定した $4H$ は約 47Gauss 程度であるがこれは磁場変調の振幅 H_m が大きいためで、 $4H$ の測定を正確に行なうには $4H \gg H_m$ でなければならない。さらに 4.2K では磁場変調の振幅以外に緩和時間が長くなるために steady の NMR 実験では磁場変調周波数の周期 T_m が $T_m \gg T_1$ の条件を満たすとき正確な信号波形が観測される。今回の場合は、 $T_m (=1/20) = 50\text{msec}$ であるので $T_m \approx T_1$ となり、飽和したような信号がでたのではないかと思われる。

以上のような点を考慮し、より信頼のできる NMR 信号が得られるようさらに研究を続けたいと思っている。

5 謝 辞

最後にこの研究を進めるにあたり、カプセルの試作や長時間のヘリウム実験を手伝ってくれた4年生の棚倉君、松永君、山本君に感謝するとともに、ヘリウムの液化に御尽力下さった技官の坪川氏、斉藤氏に感謝の意を表します。

参 考 文 献

- 1) 八木, 井上, 立川, 内藤; 福井大工報 20 (1972) 149.
- 2) R. V. Pound; Phys. Rev. 79 (1950) 685.
- 3) 八木, 立川, 西沢; 福井大工報 16 (1968) 331.
- 4) C. M. Verber, H. P. Mahon, and V. H. Tanttala; Phys. Rev. 125 (1962) 1149.